

79
⑤① Int. Cl. 3 = Int. Cl. 2

Int. Cl. 2:

C 04 B 35/10

B 01 J 21/04

C 01 F 7/04

①⑨ **BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**

DEUTSCHES



PATENTAMT

DE 29 42 768 A 1

⑪

Offenlegungsschrift 29 42 768

⑫

Aktenzeichen:

P 29 42 768.7

⑬

Anmeldetag:

23. 10. 79

⑭

Offenlegungstag:

8. 5. 80

⑮

Unionspriorität:

⑮ ⑮ ⑮

26. 10. 78 Japan P 131779-78

Library
Pat. Inc. London

1 1 JUNI 1980

⑯

Bezeichnung:

Verfahren zur Herstellung von sphärischen Aluminiumoxid-Teilchen

⑰

Anmelder:

Nikki-Universal Co., Ltd., Tokio

⑱

Vertreter:

Henkel, G., Dr.phil.; Kern, R. M., Dipl.-Ing.; Feiler, L., Dr.rer.nat.;
Hänzel, W., Dipl.-Ing.; Pat.-Anwälte, 8000 München

⑲

Erfinder:

Takumi, Shizuo, Kamakura; Hashimoto, Toshio; Tatsushima, Masaru;
Isehara; Kanagawa (Japan)

⑳

Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht zu ziehende Druckschriften:

DE-AS 11 72 247

DE-OS 29 08 740

DE-OS 21 21 185

DE-OS 20 48 434

DE-OS 19 60 289

US 32 02 480

US 26 66 749

Henkel, Kern, Feiler & Hänzel

2942768

Patentanwälte

Registered Representatives
before the
European Patent Office

Nikki-Universal Co., Ltd.,
Tokio, Japan

Möhlstraße 37
D-8000 München 80

Tel.: 089/98 2085-87
Telex: 05 29 802 hnkl d
Telegramme: ellipsoid

OP-1085-4

23. Okt. 1979

Verfahren zur Herstellung von sphärischen
Aluminiumoxid-Teilchen

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von sphärischen Aluminiumoxid-Teilchen, dadurch gekennzeichnet, daß zunächst eine basische bzw. Ausgangs-Aluminiumchloridlösung mit einer Aluminiumkonzentration von 7 - 12 Gew.-% und einem Aluminium/Chlorid-Gewichtsverhältnis von 0,3 - 0,8 durch Umsetzung von Hydrargillit mit einer wässrigen Chlorwasserstoff- bzw. Salzsäurelösung bei erhöhter Temperatur hergestellt wird, daß sodann ein Aluminiumoxid-Hydrosol mit einer Aluminiumkonzentration von 9 - 15 Gew.-% und einem Aluminium/Chlorid-Gewichtsverhältnis von 0,8 - 1,5 durch Umsetzung der basischen oder Ausgangs-Aluminiumchloridlösung mit metallischem Aluminium bei erhöhter Temperatur hergestellt wird, daß hierauf das Aluminiumoxid-Hydrosol mit einem Gelbildungs- bzw. Gelliermittel vermischt wird, das bei erhöhter Temperatur hydrolysierbar ist, daß anschließend das erhaltene Gemisch in Tröpfchenform in einem Suspensionsmedium dispergiert wird und dabei Hydrogel-

030019/0759

Teilchen gebildet werden und daß schließlich die so gewonnenen Hydrogel-Teilchen zunächst im Suspensionsmedium und sodann in wässrigem Ammoniak gealtert, danach mit Wasser gewaschen, getrocknet und kalziniert werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Umsetzung zwischen Hydrargillit und wässriger Salzsäurelösung bei einer Temperatur von 100 - 200°C durchgeführt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Umsetzung zwischen der basischen oder Ausgangs-Aluminiumchloridlösung und dem metallischen Aluminium bei einer Temperatur von 50 - 150°C erfolgt.
4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Gelliermittel Hexamethylentetramin, Harnstoff oder Gemische davon verwendet werden.

Nikki-Universal Co., Ltd.,
Tokio, Japan

Möhlstraße 37
D-8000 München 80

Tel.: 089/98 2085-87
Telex: 0529802 hnk1 d
Telegramme: ellipsoid

OP-1085-4

23. Okt. 1979

Verfahren zur Herstellung von sphärischen
Aluminiumoxid-Teilchen

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von sphärischen Aluminiumoxid-Teilchen nach der Öltröpfchenmethode, insbesondere unter Verwendung von Hydrargillit (gibbsite) als Ausgangsmaterial für ein Aluminiumoxid-Hydrogel, d.h. als Vorläufer für das sphärische Aluminiumoxid.

Die Öltröpfchenmethode gemäß der US-PS 2 620 314 wird verbreitet für die Herstellung von sphärischem Aluminiumoxid als Katalysator oder als Katalysatorträger angewandt. Diese Methode umfaßt, kurz gesagt, das Vermischen eines Aluminiumoxid-Hydrosols mit einem Gelbildungsmittel, das bei erhöhter Temperatur hydrolisiert, das Dispergieren des erhaltenen Gemisches in Tröpfchenform in einem Suspensionsmedium unter Bildung von Hydrogelteilchen, die Alterung der so gewonnenen Hydrogelteilchen sowie das Auswaschen mit Wasser, Trocknen und Kalzinieren.

Allgemein gesagt, sollte bei dieser Öltröpfchenmethode das Aluminiumoxid-Hydrosol als Vorläufer des sphärischen Aluminiumoxids vorzugsweise frei sein von Verunreinigungen, weil in diesem Hydrosol enthaltene Verunreinigungen auch im sphärischen Aluminiumoxid vorhanden sind und möglicherweise als Katalysator-Hemmstoff (catalyst poison) wirken. Infolgedessen wurde hochreines Aluminiumoxid-Hydrosol zur Verwendung bei der Öltröpfchenmethode üblicherweise dadurch hergestellt, daß metallisches Aluminium mit einer wässrigen Salzsäurelösung und/oder einer wässrigen Aluminiumchloridlösung aufbereitet wird oder daß eine wässrige Aluminiumchloridlösung in einer Elektrolysezelle elektrolysiert wird, die mit einer porösen Trennwand zwischen Anode und Kathode versehen ist, wenn als Ausgangsmaterial ein Verunreinigungen enthaltendes Aluminiumchlorid verwendet wird. Da beim zuerst genannten Verfahren jedoch vergleichsweise teures metallisches Aluminium verwendet und beim zweitgenannten Verfahren eine spezielle Elektrolysezelle benutzt werden muß, läßt sich sagen, daß nach dem Stand der Technik das hochreine Aluminiumoxid-Hydrosol keinesfalls kostengünstig hergestellt werden kann und damit auch das daraus gewonnene sphärische Aluminiumoxid teuer ist.

Hydrargillit ist bekanntlich der Hauptbestandteil von Bauxit, und dieser Stoff steht zu günstigeren Kosten zur Verfügung als hochreines metallisches Aluminium oder Aluminiumchlorid. Da jedoch in Hydrargillit etwa 0,2 - 0,5 Gew.-% Natrium in Form von Na_2O enthalten sind, das als Katalysator-Hemmstoff wirkt, kann Hydrargillit, obgleich es kostengünstig ist, nicht als Ausgangsmaterial für Aluminiumoxid-Hydrosol verwendet werden, sofern nicht auf die eine oder andere Weise das Natrium entfernt wird.

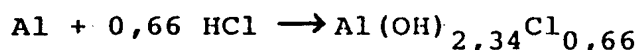
Erfindungsgemäß hat es sich nun herausgestellt, daß Hydrargillit als Teil des Materials für Aluminiumoxid-Hydrosol

als Vorläufer von sphärischem Aluminiumoxid benutzt werden kann und daß das darin enthaltene Natrium zwar in den nach der Öltröpfchenmethode erhaltenen Hydrogel-Teilchen vorhanden ist, aber sehr einfach durch Waschen der Hydrogel-Teilchen mit Wasser entfernt werden kann.

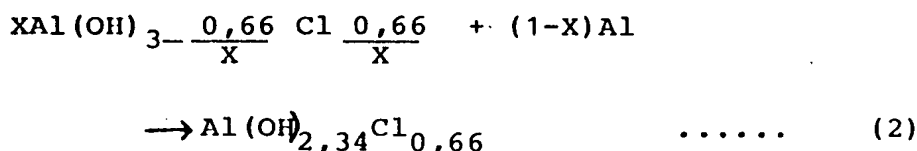
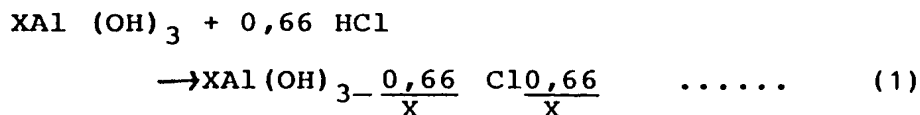
Das erfindungsgemäße Verfahren zur Herstellung von sphärischem Aluminiumoxid ist dadurch gekennzeichnet, daß zunächst eine basische bzw. Ausgangs-Aluminiumchloridlösung mit einer Aluminiumkonzentration von 7 - 12 Gew.-% und einem Aluminium/Chlorid-Gewichtsverhältnis von 0,3 - 0,8 durch Umsetzung von Hydrargillit mit einer wässrigen Chlorwasserstoff- bzw. Salzsäurelösung bei erhöhter Temperatur hergestellt wird, daß sodann ein Aluminiumoxid-Hydrosol mit einer Aluminiumkonzentration von 9 - 15 Gew.-% und einem Aluminium/Chlorid-Gewichtsverhältnis von 0,8 bis 1,5 durch Umsetzung der basischen Ausgangs-Aluminiumchloridlösung mit metallischem Aluminium bei erhöhter Temperatur hergestellt wird, daß hierauf das Aluminiumoxid-Hydrosol mit einem Gelbildungs- bzw. Gelliermittel vermischt wird, das bei erhöhter Temperatur hydrolysierbar ist, daß anschließend das erhaltene Gemisch in Tröpfchenform in einem Suspensionsmedium dispergiert wird und dabei Hydrogel-Teilchen gebildet werden und daß schließlich die so gewonnenen Hydrogel-Teilchen zunächst im Suspensionsmedium und sodann in wässrigem Ammoniak gealtert, danach mit Wasser gewaschen, getrocknet und kalziniert werden.

Wie erwähnt, wurde das hochreine Aluminiumoxid-Hydrosol zur Verwendung bei der Öltröpfchenmethode bisher durch Aufbereitung von metallischem Aluminium mit wässriger Chlorwasserstoff- bzw. Salzsäurelösung und/oder wässriger Aluminiumchloridlösung, typischerweise durch Aufbereitung hochreinen metallischen Aluminiums mit wässriger Salzsäurelösung, gewonnen. Dabei läßt sich die Gewinnung des Alu-

miniumoxid-Hydrosols, in welchem das Gewichtsverhältnis von Aluminium zu Chlorid 1,15 beträgt, allgemein durch folgende Formel ausdrücken:



Bei der Herstellung des Aluminiumoxid-Hydrosols mit demselben Gewichtsverhältnis von 1,15 von Aluminium zu Chlorid nach dem erfindungsgemäßen Verfahren finden dagegen die Reaktionen gemäß folgenden Formeln statt:



Darin bedeutet X den Nutzungsgrad von Hydrargillit, der 0,5 beträgt, wenn 50 % der für das Aluminiumoxid-Hydrosol benötigten Aluminiummenge aus Hydrargillit gewonnen wird. Sicherheitshalber sei darauf hingewiesen, daß es zwar ideal wäre, aber derzeit unmöglich ist, das Aluminiumoxid-Hydrosol für die Öltröpfchenmethode ausschließlich aus Hydrargillit zu gewinnen.

Bei der Herstellung des Aluminiumoxid-Hydrosols nach dem erfindungsgemäßen Verfahren entsprechend den obigen Reaktionsformeln (1) und (2) wird zunächst Hydrargillit mit wässriger Salzsäurelösung bei erhöhter Temperatur, üblicherweise im Bereich von 100 - 200°C und bevorzugt von 140 - 180°C, umgesetzt, um auf diese Weise eine basische

(basic) oder Ausgangs-Aluminiumchloridlösung zuzubereiten, die dann mit metallischem Aluminium bei erhöhter Temperatur von normalerweise 50 - 150°C und vorzugsweise von 80 - 120°C umgesetzt wird, um ein Aluminiumoxid-Hydrosol zu gewinnen, das eine Aluminiumkonzentration von 9 - 15 Gew.-% und ein Gewichtsverhältnis von Aluminium zu Chlorid im Bereich von 0,8 - 1,5 besitzt. Dieses Aluminiumoxid-Hydrosol unterscheidet sich nicht wesentlich von dem durch Umsetzung metallischen Aluminiums mit einer wässrigen Salzsäurelösung gewonnenen Aluminiumoxid-Hydrosol, außer daß ersteres Verunreinigungen, wie Natrium usw., aufgrund des Hydrargillits enthält und seine Aluminiumkonzentration sowie sein Gewichtsverhältnis von Aluminium zu Chlorid zur scheinbaren Schüttdichte des endgültigen sphärischen Aluminiumoxid-Produkts in Beziehung stehen. Diese Konzentration und dieses Gewichtsverhältnis des Aluminiumoxid-Hydrosols werden somit unter Berücksichtigung der scheinbaren Schüttdichte des gewünschten sphärischen Aluminiumoxids innerhalb des oben genannten Bereichs gewählt.

Die Beziehung zwischen Aluminiumkonzentration und Aluminium/-Chlorid-Gewichtsverhältnis des Aluminiumoxid-Hydrosols einerseits sowie der scheinbaren Schüttdichte des sphärischen Aluminiumoxid-Produkts andererseits ist in der folgenden Tabelle angegeben.

| Aluminiumkonzentration (Gew.-%) | Aluminium/Chlorid-Gewichtsverhältnis (Al/Cl) | Scheinb. Schüttdichte sphär. Aluminiumoxids (g/cm ³) |
|---------------------------------|--|--|
| 9 - 15 | 0,8 - 1,0 | 0,75 - 0,60 |
| | 1,0 - 1,2 | 0,60 - 0,40 |
| | 1,2 - 1,5 | 0,40 - 0,25 |

Die genannte Öltröpfchenmethode ist auf das auf vorstehend beschriebene Weise gewonnene Aluminiumoxid-Hydrosol anwendbar. Dieses wird dabei zunächst mit einem Gelbildungs- oder Gelliermittel vermischt, das bei erhöhter Temperatur hydrolysisierbar ist und eine starke Pufferwirkung zeigt. Hierfür wird normalerweise eine schwache Base, wie Hexamethylentetramin, Harnstoff oder ein Gemisch davon, verwendet. Bei Verwendung von Hexamethylentetramin als Gelliermittel wird dieses in Form einer Lösung mit einer Konzentration von etwa 20 - 40 Gew.-% eingesetzt. Die Menge dieser Lösung braucht nur so groß zu sein, daß das im Aluminiumoxid-Hydrosol enthaltene Chlorid-Ion neutralisiert wird. Wenn z.B. eine Hexamethylentetramin-Lösung mit einer Konzentration von 30 Gew.-% mit dem Aluminiumoxid-Hydrosol mit Al_2O_3 -Konzentration von 26 Gew.-% vermischt wird, liegt das zweckmäßige Mischungsverhältnis von Aluminiumoxid-Hydrosol zu Lösung bei etwa 3:1 bis 1:1,5.

Das Gemisch aus Aluminiumoxid-Hydrosol und Gelliermittel wird in Tröpfchenform in einem üblicherweise in einer lotrechten Säule angeordneten Suspensionsmedium dispergiert, das auf einer so hohen Temperatur gehalten wird, daß eine Hydrolyse des Gelliermittels und eine Gelbildung des Hydrosols innerhalb der vorgesehenen Zeitspanne eintreten. Als Suspensionsmedium wird ein mit Wasser unvermisches Öl, z.B. raffiniertes Paraffinöl, mit einer Temperatur von 50 - 105°C und vorzugsweise von 85 - 95°C verwendet. Während das Hydrosol das Suspensionsmedium in Tröpfchenform passiert, wird ein Teil des Gelliermittels mit Ammoniak hydrolysiert, und während dieser Zeit wird das Sol unter Bildung eines Hydrogels gelliert.

Das so gewonnene Hydrogel wird dann in dem mit dem Suspensionsmedium homogenen Öl gealtert bzw. behandelt. Die

Temperatur ist dabei praktisch dieselbe wie bei der Gelbildung, d.h. sie liegt normalerweise bei 50 - 150°C und vorzugsweise bei 85 - 100°C, während die Dauer der Alterung mindestens 10 h und vorzugsweise 14 - 24 h beträgt. Im Verlauf dieses Alterungsvorgangs hydrolysiert das in den sphärischen Hydrogel-Teilchen verbliebene Gelliermittel unter Hervorbringung einer weiteren Polymerisation von Aluminiumoxid. Anschließend werden die sphärischen Aluminiumoxid-Hydrogelteilchen mindestens etwa 7 h lang bei einer Temperatur von 50 - 105°C einer Alterung in wässrigem Ammoniak mit einer Ammoniakkonzentration von 1 - 3 Gew.-% unterworfen.

Wahlweise kann die Alterung der Aluminiumoxid-Hydrogelteilchen mit Ammoniak nach dem Verfahren gemäß US-PS 4 108 971 erfolgen. Dabei werden die sphärischen Aluminiumoxid-Hydrogelteilchen, die im Suspensionsmedium gealtert worden sind, mit wässrigem Ammoniak mit einer Konzentration von etwa 0,05 - 0,5 Gew.-% zunächst während einer Zeitdauer von mindestens einer Stunde kontaktiert, worauf die so gealterten Teilchen einer weiteren Alterung unterworfen werden, indem sie ein zweites Mal mit wässrigem Ammoniak während einer Periode von mindestens 6 h kontaktiert werden; während dieser zweiten Zeitspanne wird die Konzentration des wässrigen Ammoniaks vom Anfangswert von etwa 0,05 bis 0,5 Gew.-% kontinuierlich auf eine endgültige Konzentration von etwa 0,8 - 2,5 Gew.-% erhöht. Nach diesem zweistufigen Ammoniak-Alterungsverfahren können sphärische Aluminiumoxid-Teilchen mit überlegenen physikalischen Eigenschaften gewonnen werden.

Nach Abschluß der Alterungsbehandlung wird das sphärische Aluminiumoxid-Hydrogel gründlich mit etwa 90°C warmem Wasser gewaschen. Dieser Waschschrift ist erfindungswesentlich,

weil bei der Herstellung des Aluminiumoxid-Hydrosols nach dem erfindungsgemäßen Verfahren Hydrargillit als Teil des Ausgangsmaterials verwendet wird und daher die in diesem Material enthaltenen Verunreinigungen auch in dem gealterten sphärischen Aluminiumoxid-Hydrogel enthalten sind. Diese Verunreinigungen, insbesondere Natrium, das als Katalysator-Hemmstoff unerwünscht ist, können jedoch bei diesem Waschvorgang in Form von Natriumsalz praktisch vollständig beseitigt werden. Nach Abschluß des Waschvorgangs mit Warmwasser werden die Teilchen 2 - 24 h lang bei einer Temperatur von 95 - 315°C getrocknet und sodann 2 - 12 h lang bei 425 - 750°C kalziniert, wodurch die angestrebten sphärischen Aluminiumoxid-Teilchen erhalten werden. Gemäß der US-PS 4 108 971 können die sphärischen Teilchen nach dem Trocknen in einer Atmosphäre kalziniert werden, die mindestens 30 Mol-% Wasser in Dampfform enthält. Durch das Kalzinieren in einer solchen Atmosphäre erhalten die Aluminium-Teilchen überlegene physikalische Stabilität, insbesondere thermische Stabilität.

Wie erwähnt, können beim erfindungsgemäßen Verfahren etwa 50 % der für die Herstellung des Aluminiumoxid-Hydrosols zur Verwendung bei der Öltröpfchenmethode erforderlichen Aluminiummenge in Form von Hydrargillit geliefert werden, wobei das in diesem Stoff enthaltene Natrium durch Waschen der gealterten sphärischen Aluminiumoxid-Hydrogelteilchen in Wasser entfernt werden kann. Ungeachtet der Verwendung von Hydrargillit läßt sich nach dem erfindungsgemäßen Verfahren somit sphärisches Aluminiumoxid gewinnen, welches dem unter Verwendung von metallischem Aluminium und wässriger Salzsäure gewonnenen Aluminiumoxid in keiner Weise gütemäßig unterlegen ist.

Im folgenden ist die Erfindung in Beispielen näher erläutert.

Beispiel 1

| | | |
|-------------------------|-------|--------|
| Al_2O_3 | 64,5 | Gew.-% |
| Na_2O | 0,27 | Gew.-% |
| Fe_2O_3 | 0,007 | Gew.-% |
| SiO_2 | 0,008 | Gew.-% |

350 g handelsüblichen Hydrargillits mit der oben angegebenen Zusammensetzung und 765 ml 25%ige Salzsäure wurden in einen mit Rührwerk ausgestatteten Druckreaktor eingegeben und unter Rühren 2 h lang bei 180°C umgesetzt. Die erhaltene basische oder Ausgangs-Aluminium/Chlorid-Lösung ergab folgende Analyse:

| | | |
|----------------------------|-------|--------|
| Al | 9,9 | Gew.-% |
| Al/Cl (Gewichtsverhältnis) | 0,55 | |
| Na | 0,055 | Gew.-% |

Diese Lösung wurde mit etwa 520 ml Wasser verdünnt und anschließend in einen mit 400 g metallischen Aluminiums beschickten Reaktor eingegeben, um sodann 8 h lang bei 90 - 100°C umgesetzt zu werden. Eine Analyse des erhaltenen Aluminiumoxid-Hydrosols ergab folgendes:

| | | |
|----------------------------|-------|--------|
| Al | 13,5 | Gew.-% |
| Al/Cl (Gewichtsverhältnis) | 1,16 | |
| Na | 0,035 | Gew.-% |

(entsprechend 14 % sphärischen Aluminiumoxids)

Nutzungsgrad des Hydrargillits 47 %

500 ml dieses Aluminiumoxid-Hydrosols wurden mit 505 ml einer 27 gew.-%igen Hexamethylentetramin-Lösung versetzt. Nach gründlichem Vermischen wurde das Gemisch in Tröpfchenform in einer auf etwa 92°C gehaltenen lotrechten Säule dispergiert. Die am Boden der Säule gewonnenen Hydrogelteilchen

wurden in ein getrenntes Gefäß überführt und 15 h in Paraffinöl mit einer Temperatur von 95 - 100°C gealtert. Sodann wurde 1,5 gew.-%iges wässriges Ammoniak mit 92°C zum Austreiben des Paraffinöls in den Unterteil desselben Gefäßes eingeleitet, und die Hydrogelteilchen wurden in diesem Ammoniak 8 h lang gealtert. Nach Beendigung der Alterung wurden die Hydrogelteilchen 7 h lang in fließendem Wasser von 90°C gewaschen und anschließend bei 120°C gründlich getrocknet. Die so getrockneten Teilchen wurden in Luft 1 h lang bei 350°C, 1 h lang bei 510°C und außerdem 2 h lang bei 360°C kalziniert, wobei sphärisches Aluminiumoxid A erhalten wurde.

Beispiel 2

350 g desselben Hydrargillits wie in Beispiel 1 und 972 ml 25%ige Salzsäure (Chlorwasserstoffsäure) wurden in einen mit Rührwerk versehenen Reaktor eingegeben und unter Rühren 1,5 h lang bei 180°C umgesetzt. Eine Analyse der erhaltenen basischen Ammoniumchloridlösung ergab folgendes:

| | | |
|----------------------------|-------|--------|
| Al | 8,3 | Gew.-% |
| Al/Cl (Gewichtsverhältnis) | 0,44 | |
| Na | 0,046 | Gew.-% |

Diese Lösung wurde mit 700 ml Wasser verdünnt. Die verdünnte Lösung wurde in einen mit 400 g metallischen Aluminiums beschickten Reaktor eingegeben und 9 h lang bei einer Temperatur von 95 - 100°C umgesetzt. Analyse des erhaltenen Aluminiumoxid-Hydrosols:

| | | |
|--|-------|--------|
| Al | 13,6 | Gew.-% |
| Al/Cl (Gewichtsverhältnis) | 1,15 | |
| Na | 0,029 | Gew.-% |
| (entsprechend 0,11 % sphärischen Aluminiumoxids) | | |
| Nutzungsgrad des Hydrargillits | 38 | % |

Dieses Aluminiumoxid-Hydrosol wurde auf dieselbe Weise wie in Beispiel 1 behandelt, wobei sphärisches Aluminiumoxid B erhalten wurde.

Vergleichsbeispiel

Aluminium-Hydrosol wurde aus metallischem Aluminium und Salzsäure ohne jeden Hydrargillitzzusatz hergestellt.

500 ml 12%iger Salzsäure wurde in einen mit 200 mg metallischen Aluminiums gefüllten Reaktor eingegeben, und das Gemisch wurde bei 100 - 110°C umgesetzt. Eine Analyse des erhaltenen Aluminium-Hydrosols ergab folgendes:

| | | |
|----------------------------|--------|--------|
| Al | 13,5 | Gew.-% |
| Al/Cl (Gewichtsverhältnis) | 1,15 | |
| Na | 0,0002 | Gew.-% |

(entsprechend 0,0008 % sphärischen Aluminiumoxids)

Sodann wurde dieses Aluminiumoxid-Hydrosol auf die in Beispiel 1 beschriebene Weise behandelt, wobei sphärisches Aluminiumoxid X erhalten wurde.

Die Eigenschaften des nach Beispiel 1 und 2 sowie nach dem Vergleichsbeispiel gewonnenen sphärischen Aluminiumoxids sind in nachstehender Tabelle 1 zusammengefaßt.

Tabelle 1

| Sphärisches Aluminiumoxid | A | B | C |
|--|--------|--------|-------|
| Nutzungsgrad von Hydrargillit (Gew.-%) | 47 | 38 | 0 |
| Scheinb. Schüttdichte (g/ml) | 0,52 | 0,53 | 0,53 |
| Kugeldurchmesser (mm) | 1,5 | 1,5 | 1,5 |
| Mittlere Quetsch- oder Mahl- kraft (kg) | 5,4 | 5,6 | 5,5 |
| Oberfläche (m ² /g) | 210 | 208 | 210 |
| Cl (Gew.-%) | 0,28 | 0,30 | 0,25 |
| Na (Gew.-%) | 0,0008 | 0,0008 | 0,005 |

Wie aus dieser Tabelle hervorgeht, zeigen die mit Hydrargillit als Ausgangsmaterial hergestellten sphärischen Aluminiumoxid-Teilchen A und B praktisch dieselben Eigenschaften wie das ohne Hydrargillit hergestellte Aluminiumoxid X. Der Na-Gehalt beträgt beim Aluminiumoxid A, bei dem der Hydrargillit-Nutzungsgrad bei 47 % liegt, sowie beim Aluminiumoxid B mit einem Hydrargillit-Nutzungsgrad von 38 % jeweils 0,0008 Gew.-%. Dieser Na-Gehalt hat keinerlei ungünstigen Einfluß auf die Wirkung des Katalysators oder Katalysatorträgers. Im Hinblick darauf, daß die im Ausgangsmaterial Hydrargillit enthaltene Na-Menge 0,27 Gew.-% als Na₂O beträgt, geht aus Tabelle 1 hervor, daß das Na zu 99 Gew.-% oder mehr durch Waschen der gelalterten Teilchen in Wasser entfernt werden kann.